

METHOD FOR SINTERING GREEN COMPACT OF IRON-BASE POWDER

Patent Number: JP62109902
Publication date: 1987-05-21
Inventor(s): TAKADA JINSUKE
Applicant(s): KOBE STEEL LTD
Requested Patent: ☐ JP62109902
Application Number: JP19850251604 19851108
Priority Number(s):
IPC Classification: B22F3/10
EC Classification:
Equivalents: JP2013565C, JP7009004B

Abstract

PURPOSE: To improve the dimensional accuracy of sintered parts by compacting iron-base powder blended with a metallic stearate as a lubricant, dewaxing the resulting green compacts in a nonoxidizing atmospheric gas contg. no C source and sintering the dewaxed compacts.

CONSTITUTION: Iron-base metallic powder is blended with a metallic stearate as a lubricant and compacted. The resulting green compacts are dewaxed in the presence of a nonoxidizing gas contg. no C source such as Ar, N₂ or H₂ and the dewaxed compacts are sintered. By this method, the variance in the rate of dimensional change of sintered parts due to expansion and shrinkage during the dewaxing and sintering can be reduced.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-109902

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)5月21日

B 22 F 3/10

7511-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 鉄系粉末成形体の焼結方法

⑯ 特 願 昭60-251604

⑰ 出 願 昭60(1985)11月8日

⑱ 発 明 者 高 田 仁 輔 神戸市北区鈴蘭台西町1-20-7
⑲ 出 願 人 株式会社神戸製鋼所 神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号
⑳ 代 理 人 弁理士 植木 久一

明 細 書

1. 発明の名称

鉄系粉末成形体の焼結方法

2. 特許請求の範囲

潤滑剤としてステアリン酸金属塩を配合してなる鉄系粉末を圧縮成形した後該成形体を脱ろう・焼結処理するに当たり、少なくとも脱ろう工程における雰囲気ガスとして炭素源を含まない非酸性ガスを使用することを特徴とする鉄系粉末成形体の焼結方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は鉄系粉末成形体の焼結方法に関し、殊に潤滑剤としてステアリン酸金属塩(例えばステアリン酸亜鉛やステアリン酸リチウム等)を配合してなる鉄系粉末成形体の焼結時における寸法変化率(成形圧方向と直角方向)のばらつきを少なくし、最終製品の寸法精度を高めることのできる技術に関するものである。

〔従来の技術〕

還元法やアトマイズ法等により製造した鉄系粉末を圧縮成形し焼結して得られる鉄系粉末圧縮成形製品は、任意の形状のものを製造し得るという利点に加えて製品の寸法精度も優れているところから、自動車部品をはじめとして各種機械部品の製造に幅広く利用されており、その生産量は最近急激に増大してきている。

ところで鉄系粉末冶金においては、圧縮成形時における鉄系粉末の潤滑性(粉末同士及び粉末と成形型表面との潤滑性)を高める為に少量のステアリン酸塩(主としてステアリン酸亜鉛やステアリン酸リチウム)が配合され、また物性改善の為に適量の銅粉や炭素粉等が配合される。そして圧縮成形後は、以下に示す如く脱ろう、焼結、冷却の各工程が順次行なわれるが、これらの工程は圧縮成形体の酸化、脱炭、浸炭等を防止すべく、炭化水素ガス(RXガス)雰囲気中で行なうのが通例である。

①鉄系粉末の圧縮成形性を高める為に添加される潤滑剤(ステアリン酸亜鉛等)を、加熱に

より気化させて除去する脱ろう工程。

②潤滑剤が除去された後の圧縮成形体を加熱して焼結させる焼結工程。

③焼結物を大気中で酸化を受けない温度まで降温させる冷却工程。

前述の如く粉末冶金製品には寸法精度が高いという特徴があるが、それでも上記脱ろう・焼結・冷却の各工程（以下一括して焼結工程又は単に焼結ということがある）における種々の要因によって膨張又は収縮を起こし、焼結の前・後で寸法がかなり変わってくる。そこで従来は、圧縮成形時の成形型寸法について、焼結時の寸法変化を見越した寸法に調整しておき、焼結後に寸法の手直を行なわなくともよい様にしている。しかしながらそれでも十分な寸法精度が得られないことも多く、その様な場合はサイジング或はコイニング等の2次加工が行なわれる。殊に焼結工程における寸法変化が著しい場合は焼結体寸法のばらつきも大きく、2次加工が不可欠となるばかりでなく、寸法誤差が極端に大きい場合はサイジング等によ

う3534号記載の方法等が挙げられ、夫々それなりの効果を得ている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

ところが上記公報記載の改善技術にしても、焼結工程前後における寸法変化率を満足のいく程度まで小さくすることができる訳ではなく、特にステアリン酸金属塩系の潤滑剤を含む鉄系粉末圧縮成形体に適用した場合、「当該変化率のばらつきの標準偏差を $\sigma = 0.02\%$ の範囲に納める」という現在の厳しい要請には到底答えることができない。

この様な状況のもとで本発明は、焼結時の膨張・収縮に伴う焼結部品の寸法変化率のばらつきを $\sigma = 0.02\%$ 程度若しくはそれ以下に抑え得る様な方法を提供しようとするものである。

〔問題点を解決する為の手段〕

本発明に係る焼結方法の構成は、潤滑剤としてステアリン酸金属塩を配合してなる鉄系粉末を圧縮成形した後該成形体を脱ろう・焼結処理するに当たり、少なくとも脱ろう工程における雰囲気ガ

る寸法精度の矯正自体が非常に困難となることもある。

また焼結工程における膨張量が大きい場合には圧縮成形体の密度が低下し、機械部品として必要な機械的強度を満足し得なくなることもある。

この様なところから機械部品用鉄系粉末冶金材料には、焼結工程で生ずる寸法変化率に一定の基準が設けられており、現時点で許容される寸法変化率の限界は成形型の寸法基準で0.4%程度とされている。また多種類の成形品の製造に適用される鉄系粉末冶金材料については、寸法変化率のばらつきの標準偏差が $\sigma = 0.02\%$ 程度と非常に厳しい値が要求されている。

上記の様な焼結工程における膨張・収縮現象については様々の原因が考えられ、それらの原因に対応して色々の解決策が提案されている。これらのうち代表的なものとしては、焼結時の雰囲気ガスを改善要素とする特公昭57-9601号や同58-10963号記載の方法、或は鉄系粉末冶金材料に対する添加剤に工夫を加えた特公昭59

スとして炭素源を含まない非酸化性ガスを使用するところに要旨を有するものである。

〔作用〕

以下実験の経緯を追って本発明の作用を順次明確にして行く。

本発明者等は鉄系粉末冶金材料の代表例として最も汎用されている〔鉄粉：98.45%、銅粉：2%、炭素粉：0.8%、ステアリン酸亜鉛：0.75%〕を選択し、下記の実験を行なった。即ち上記粉末冶金材料を用いて常法により直方体の成形体を圧縮成形した後、この種の分野では最も一般的なRXガスを雰囲気ガスとし、脱ろう工程ではその露点を20℃、焼結及び冷却工程ではその露点を-5℃とし、第2図に示す最も一般的なヒートパターンで脱ろう・焼結・冷却を行ない、その間の寸法変化を調べた。結果は第3図に示す通りであり、潤滑剤としてステアリン酸金属塩を配合した圧縮成形体の場合、脱ろう工程において異常な体積膨張が認められる。しかも焼結工程に入ってから温度が銅の融点（1083℃）を超えると、成形体が収

縮現象を起こす。

そこでまず焼結時に使用する雰囲気ガスの露点に注目し、脱ろう工程で生ずる膨張及び銅の融点付近で生ずる収縮の夫々に及ぼす影響を明確にすべく実験を行なったところ、第4図に示す結果を得た。

第4図からも明らかな様に、脱ろう時の膨張量は雰囲気ガスの露点が高くなるほど小さくなり、また理由は不明であるが銅の融点付近で生ずる収縮量は雰囲気ガスの露点が高くなる程小さくなっている。そして雰囲気ガスの露点による膨張・収縮量の変動が最終的に寸法変化のばらつきとして現われてくるものと考えられた。

次に雰囲気ガスの種類による影響、殊に寸法変化量の大きい脱ろう工程での雰囲気ガスの影響を調べるため、焼結工程における雰囲気ガスは従来通りRXガスとし、脱ろう工程の雰囲気ガスのみを変えた場合の寸法変化を調べた。但し雰囲気ガスとしては炭素源を含まない非酸化性ガスであるAr、N₂及びH₂を選択した。結果は第5図に

げる為に発生したものと考えられる。何れにしても銅熔融時における寸法変化は、第5図からも明らかな様に雰囲気ガスの露点には殆んど影響を受けることなくほぼ一定であり、又脱ろう時の膨張量は前述の如く殆んど無視し得る程度に抑えられるから、結局のところ脱ろう・焼結を通じて発生する膨張量は雰囲気ガスの露点に関係なく略一定の値が得られ、ばらつきは非常に小さい値に抑えられる。しかもその膨張量は予備実験により予め求めておくことができるので、当該膨張量を見越して圧縮成形時の成形型寸法を適正に設計することができ、焼結成形体の寸法精度を満足の行く程度にまで高めることができる。尚上記では少量の銅及び炭素粉を含む鉄系粉末冶金材料をとり上げて説明したが、この他本発明はNi、Sn、Mn、S、B、P、Sb、Zn、MnS、CaS等を含む鉄系粉末冶金材料についても同様に適用することができる。

〔実施例〕

鉄粉：96.45%、銅粉：2%、炭素粉：0.8

示す通りであり、脱ろう工程で炭素源を含まない雰囲気ガスを使用した場合は、当該ガスの露点には殆んど無関係に脱ろう時の寸法変化を激減させることができた。またこれらのガスを使用すると銅の熔融時における寸法変化の変動も大幅に抑制し得ることが分かった。ちなみに第1図は、脱ろう時の雰囲気ガスとしてArを使用し、焼結時の雰囲気ガスとして従来通りのRXを用いた場合の膨張曲線を示したものであり、この図からも明らかな様に雰囲気ガスとしてArを使用すると脱ろう時の膨張は殆んど見られなくなる。尚焼結工程に入ると銅の融点付近で若干の膨張現象を認めたが、こうした傾向は、ステアリン酸金属塩を添加しない鉄系粉末を圧縮成形した後の脱ろう・焼結工程で生ずる銅融点付近の膨張量とほぼ同等である(第6図…ステアリン酸亜鉛無添加物の膨張曲線)。尚第1図及び第6図の膨張曲線で観察される銅融点付近の膨張は、銅の熔融により鉄と合金化を生じ、或は熔融した銅がマトリックス金属組織の結晶粒界部へ浸透拡散して金属組織を押し広

げ、ステアリン酸亜鉛：0.75%からなる鉄系粉末冶金材料を使用し、成形圧5t/cm²で5×5×30mmの圧縮成形体を製作した。得られた圧縮成形体を使用し第2図に示したヒートパターンに準じ、下記第1表に示す雰囲気ガスの存在下で夫々5回ずつの脱ろう・焼結実験を行ない、焼結成形体の寸法変化のばらつきを調べた。また各焼結成形品中における炭素量の増減も調べた。結果を一括して第1表に示す。

(以下 余 白)



第 1 表

実験 No.	雰囲気ガス(露点:℃)		寸法変化の ばらつき (%)	炭素量 (%)	備考
	脱ろう工程	焼結・冷却工程			
1	RXガス (20℃)	RXガス (-5℃)	0.035	1.6	従来例
2	RXガス (-35℃)	"	0.042	1.0	"
3	Arガス (20℃)	"	0.011	0.8	本発明例
4	Arガス (-35℃)	"	0.008	"	"
5	N ₂ ガス (20℃)	"	0.013	"	"
6	N ₂ ガス (-30℃)	"	0.011	"	"
7	H ₂ ガス (20℃)	"	0.012	"	"
8	H ₂ ガス (-38℃)	"	0.009	"	"
9*	RXガス (-5℃)	"	0.023	"	対照例

*ステアリン酸亜鉛無添加

る。

尚上記の実験では脱ろう時の雰囲気ガスとして Ar、N₂、H₂ を夫々単独で用いた例を示したが、これらのガスを混合して用いた場合でも同様の効果を得ることができ、殊に Ar や N₂ を用いる場合は、脱ろう時の酸化を防止する為 5～70 % 程度の H₂ ガスを併用した場合の方が好ましい結果を得ることができる。

〔発明の効果〕

本発明は以上の様に構成されるが、要は鉄系粉末冶金材料中に潤滑剤としてステアリン酸金属塩を配合した場合の脱ろう工程で生ずる体積変化を、脱ろう雰囲気ガスを特定することによって可及的に少なくしたので、脱ろう・焼結時における寸法変化のばらつきを非常に小さく抑えることができ、焼結成形体の寸法精度を飛躍的に高め得ることになった。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明法を採用した場合における膨張曲線を示す図、第2図は実験で採用したヒートバ

第1表からも明らかな様に、脱ろう時の雰囲気ガスとしてRXガスを用いた従来例(No. 1, 2)では、脱ろう時の膨張が著しく且つそのばらつきが大きい為、焼結成形体の寸法変化のばらつき(σ)は0.02%を超えており、且つ焼結工程で浸炭現象が起こり炭素量の増大が見られる。これに対し脱ろう時の雰囲気ガスとして炭素源を含まないガスを用いた場合(No. 3～8)は、当該ガスの露点とは殆んど無関係に脱ろう時の膨張が回避され、焼結成形体の寸法変化のばらつきは0.013%以下の非常に小さい値が得られており、しかも炭素量の変動も全く起こっていない。尚実験No. 9は潤滑剤(ステアリン酸亜鉛)無添加の鉄系粉末圧縮成形体を用いた場合の例であり、この場合は脱ろう雰囲気ガスとしてRXガスを用いた場合でも寸法変化についてそれ程大きなばらつきは見られない。これに対し本発明の実施例では、適量のステアリン酸金属塩を併用した場合でも、ステアリン酸金属塩無添加の場合を凌駕する高レベルの寸法精度を確保し得ることが分か

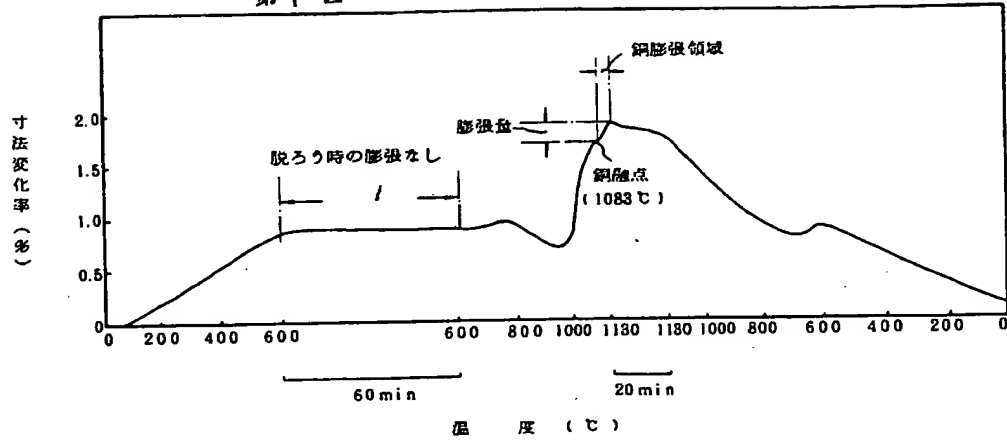
ターンを示す図、第3図は従来法における膨張曲線を示す図、第4図は従来法を採用した場合における雰囲気ガスの露点と脱ろう時及び銅融解時の寸法変化を示すグラフ、第5図は本発明法を採用した場合における雰囲気ガスの露点と脱ろう時及び銅融解時の寸法変化を示すグラフ、第6図はステアリン酸金属塩無添加の鉄系粉末冶金材料を用いた場合の膨張曲線を示す図である。

出願人 株式会社神戸製鋼所

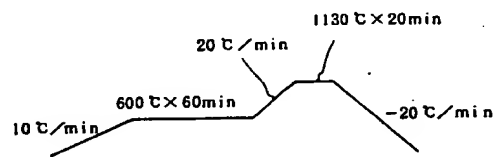
代理人 弁理士 植木 久



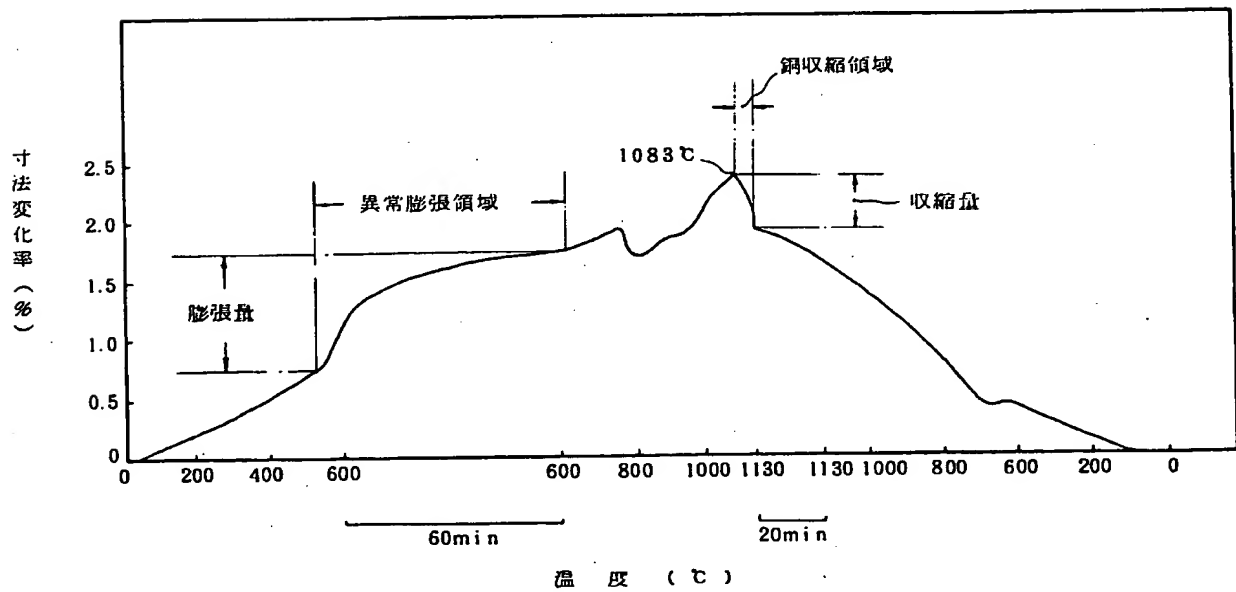
第1図



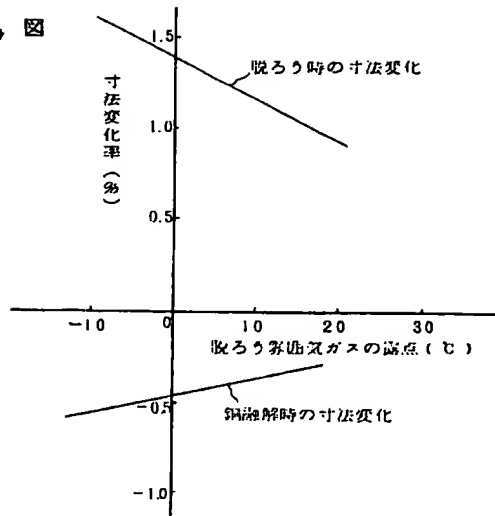
第2図



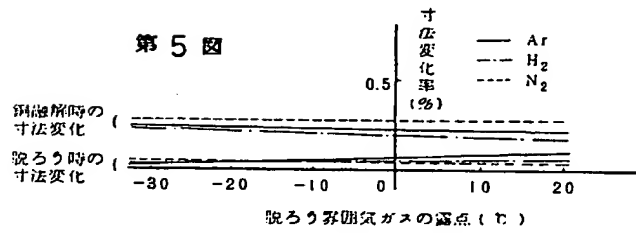
第3図



第4図



第5図



第6図

